

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-31102

(43)公開日 平成9年(1997)2月4日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 B 11/12			C 0 8 B 11/12	
B 0 1 J 2/06			B 0 1 J 2/06	
B 0 2 C 18/08			B 0 2 C 18/08	Z

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 12 頁)

(21)出願番号 特願平7-181505

(22)出願日 平成7年(1995)7月18日

(71)出願人 000003506

第一工業製薬株式会社

京都府京都市下京区西七条東久保町55番地

(72)発明者 西▲崎▼ 勝一

滋賀県彦根市開出今町127

(72)発明者 神野 和人

京都府亀岡市内丸町8

(74)代理人 弁理士 西藤 征彦

(54)【発明の名称】 カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩の造粒方法および粒状カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩

(57)【要約】

【課題】得られる乾燥粉末の粒径が均一で、かつ微粉の生成が抑制され、しかもかさ密度の高いハンドリング性に優れたカルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩（以下「CMC」と称す）を得ることのできるCMCの造粒方法を提供する。

【解決手段】塊状CMCを含水イソプロピルアルコール中で解砕することにより、液中で粒状CMCを造粒する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 塊状カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩を含水イソプロピルアルコール中で解砕することにより液中で造粒することを特徴とするカルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩の造粒方法。

【請求項2】 上記液中で造粒する際の、塊状カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩を含有する含水イソプロピルアルコールからなる系において、カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩の含有割合が系全体の5～30重量%、イソプロピルアルコールの含有割合が系全体の55～80重量%、水分含有割合が系全体の15～40重量%に設定されている請求項1記載のカルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩の造粒方法。

【請求項3】 上記液中の解砕において、塊状カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩を含有する含水イソプロピルアルコール溶液系の流動特性を示す下記の式(1)により算出されるレイノルズ数(Re)が、1000以上である請求項1または2記載のカルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩の造粒方法。

【数1】 $Re = (D \cdot U \cdot \rho) / \mu \cdots (1)$

〔式(1)において、Dは羽根直径(cm)、Uは羽根周速(cm/sec)、 ρ は液密度(g/cm³)、 μ は液粘度(g/cm・sec)である〕

【請求項4】 粒径149～2000 μ mの範囲内の粒子が全体の80重量%以上含有され、かつ、かさ密度が0.4g/ml以上である粒状カルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、液中処理を特徴とするカルボキシメチルセルロースエーテルアルカリ塩（以下「CMC」と称す）の造粒方法と、造粒品である粒状CMCに関するものであって、CMCの粉体管理上、発塵防止による作業環境の保全や、移送時の搬出入の自動化、容器への付着を防止する目的と、水への溶解性を改良し速溶性に優れ、各種分野でのハンドリング性の向上を図ることができる粒状CMCと、CMCの造粒方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来から、各種用途に用いられるCMCは、パルプ等を原料とし、アルセル化反応の後、エーテル化反応を行い、ついで、酢酸等で中和し、脱液・過して粗製CMCを作製する。その後、この粗製CMCに、含水率が30重量%（以下「%」と略す）以下のメタノール水溶液を加えて脱塩精製を行う。つぎに、過された精製CMCを熱風乾燥して粉碎することにより製造される。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記工

程により得られるCMCは、下記に示す問題を有している。

【0004】得られたCMCの粒径が不均一であり、かつ微粉（粒径75 μ m以下）で繊維状のものが多く含有されているため、粉立ちが多く作業性に問題がある。上記微粉のCMCを使用する際に、粉塵が発生し、作業環境に悪影響をおよぼす。

得られたCMCの粒径が不均一、かつ、繊維状の微粉が多いため、水に対する溶解において、凝粉が生成し、しかも溶解性が悪く溶解に長時間を要する。CMCが微粉であるため、吸湿し易く、積圧で固化しハンドリング性が悪化する。

【0005】上記のような問題を有するために、流動性が良好で、かつコンパクト化されたCMCの造粒化が検討されている。例えば、CMCの造粒方法として、CMCの製造工程において、CMCの反応後、この反応に用いた溶媒を分離して、いわゆるパサパサしたウェット状の粗製CMCを作製する。そして、この粗製CMCに、攪拌混合下でCMCに対して1～2倍量の水を噴霧して繊維状のCMCを一部溶かし込み固めて（角質化）造粒化したCMCを作製する。続いて、脱水目的で、多量のメタノールに上記造粒化したCMCを浸漬して、このメタノールを分離し脱水した後、乾燥して造粒品となる粒状CMCを得るというCMCの造粒方法があげられる

（米国特許第2715124号）。しかしながら、上記造粒方法では、上記のように水の噴霧によるゲル状CMCが不均一であるため、製品として粒度が均一な造粒品が得られないという問題がある。また、上記のように、ゲル状CMCが密着して粒状に成長するため、その粒形状態はこんぺい糖のような表面に凹凸形状が形成された粒子に形成され、その結果、流動性が悪くなるという問題を有している。さらに、高エーテル置換度のCMCは水溶性が高く、溶解し易いことから、装置への付着が強く、さらにCMCが粘着して粒子にならないため、造粒化できない等の問題がある。また、全体に、上記造粒方法は、製品CMCの収率が悪くコスト高である。

【0006】一方、本願出願人は、先に、CMCの溶剤-水含有スラリーを、回転円盤上に流下させて霧化させることにより、噴霧乾燥して造粒化する方法を提案している（特願平6-215058号）。しかし、この方法によって得られるCMC造粒品は、かさ密度が小さく、CMCの流動性とコンパクト化という点で好ましいものではないことがわかった。

【0007】本発明は、このような事情に鑑みなされたもので、得られる乾燥粉末の粒径が均一で、かつ微粉の生成が抑制され、しかもかさ密度の高いハンドリング性に優れたCMCを得ることのできるCMCの造粒方法、および、粒状CMCの提供をその目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するた

め、本発明は、塊状CMCを含水イソプロピルアルコール中で解砕することにより液中で造粒するCMCの造粒方法を第1の要旨とし、粒径149～2000 μ mの範囲内の粒子が全体の80%以上含有され、かつ、かさ密度が0.4 g/m³以上である粒状CMCを第2の要旨とする。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明は、エーテル置換度に関係なく、低エーテル置換度から高エーテル置換度まで、すなわち、水溶性の高いCMCであっても、高品質のCMCの造粒品を得るために、塊状CMCを水含有のイソプロピルアルコール（以下「IPA」と称す）中で解砕することにより液中で造粒する方法である。この液中造粒において、原料となる塊状CMCを含有する含水IPA溶液からなる系を、CMCの含有割合が系全体の5～30%、IPAの含有割合が系全体の55～80%、水分含有割合が系全体の15～40%に設定することにより、均一な粒径で、かつ、微粉の生成が抑制されたかさ密度の高いCMC造粒品（粒状CMC）が得られより効果的である。さらに、上記液中造粒法において、塊状CMCを含有する含水IPA溶液系の流動特性を示すレイノルズ数（Re）を、1000以上に設定した条件下で行うことにより、均一な粒径で、かつ、粒径が75 μ m以下の微粉の生成が抑制された粒状CMCが得られる。したがって、得られた粒状CMCを水に溶解する際に、従来見られた糝粉の生成現象が生じず、速やかに水に溶解する。この結果、各種用途での使用時の溶解時間が大幅に短縮され、さらに、粉立ちが少なく流動性が良好であるため、ハンドリング性にも優れている。また、粒状CMC使用時に粉塵の発生が少なく、作業環境の悪化を招くこともない。

【0010】そして、粒状CMCとして、粒径149～2000 μ mの範囲内に全粒子の80%以上が存在し、かつ、かさ密度が0.4 g/m³以上に設定されたものは、流動性および溶解性に優れ、発塵問題も生じず、しかも、良好なハンドリング性を有するようになる。

【0011】つぎに、本発明を詳しく説明する。

【0012】本発明のCMCの造粒方法において、対象となるCMCは、平均エーテル置換度が0.4～3.0であって、結着性を有するCMCにも適用できるという点でいずれのCMCにも適用可能であるが、特に、親水性の高い平均エーテル置換度が1.5～3.0のCMCが好適対象となる。また、アルカリ塩の種類としては、ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩等があげられるが、通常は、ナトリウム塩である。さらに、CMCは、粗製CMC、また、この粗製CMCを用い、副生塩を除去する工程を経由して得られる精製CMCのいずれであってもよい。なお、本発明により造粒化した後、脱塩精製すると精製効果が劣ることから、精製CMCを用いることが好ましい。

【0013】本発明のCMCの造粒方法は、例えば、つぎのようにして行われる。すなわち、従来公知の方法である、パルプを原料に用い、アルセル化反応およびエーテル化反応を経由して中和処理を行い、脱液・過することによって粗製CMCを準備する。一方、水とIPAを、重量比で、水/IPA=40/60～70/30の範囲内で混合した混合溶剤（含水IPA）を準備し、上記粗製CMCに対して、この混合溶剤を上記粗製CMCの重量の5～20倍量投入し、30～75℃で0.5～1時間攪拌して脱塩処理を行う（脱塩工程）。そして、遠心分離機、デカンタ、スクリュース式連続分液機、濾過器等により脱液してウェット状の精製CMCを作製する。ここで作製された精製CMCは、CMC固形分が20～40%、水が45～65%、IPAが15～35%の組成からなり、結着性を有する寒天状から蒟蒻状のような弾力のある塊状物である。このようにして得られる塊状精製CMCは上記脱塩工程において、45～65%の高含水率となる。

【0014】つぎに、所定の混合機に、上記で得られたウェット状で塊状の精製CMCと、含水率20%以下のIPA（溶媒）を投入して、精製CMC中に残存する水分を、IPAである溶媒中に移行させて精製CMCの脱水処理を行う。この脱水処理を行うとともに、混合機内で、羽根攪拌して塊状の精製CMCを解砕することにより細かく切断して液中造粒を行う。上記液中造粒で用いる含水率20%以下のIPAは、前記精製CMCが高含水率であるため、その含水率を5～30%の範囲に調整するために用いられる。すなわち、含水率20%以下のIPAは、造粒時の再結着が防止でき、同時に精製CMCの脱水処理を行うことができる有用な溶剤である。そして、IPA以外の、他の有機溶剤、例えば低級アルコールである、メタノール、エタノールの使用は、CMCの水溶性と付着性が高いため、溶解してしまい液中造粒を行うことが不可能となり好ましくない。また、ブタノールの使用は、臭気が強く脱気し難いため、経済的に高価となり好ましくない。

【0015】つぎに、液中造粒したCMCは遠心分離機により溶媒を除去し、続いて、流動乾燥機または減圧式乾燥機等を用いて60～110℃で5～60分間乾燥を行う。このようにして粒状CMCが得られる。

【0016】上記液中造粒において、精製CMCと含水IPAを投入する混合機としては、図1に示すようなミキサー式混合機があげられる。すなわち、この混合機内において、所定のレイノルズ数で攪拌した含水IPA溶液3中で、ナイフ型攪拌羽根1を回転させて、塊状の精製CMC2を小さく切断して回転を加えながら液中造粒を行う。

【0017】上記液中造粒において、塊状の精製CMC2を含有する含水IPA溶液3系の流動特性を示す値のレイノルズ数（Re）を1000以上の強い羽根攪拌で

行うことが好ましい。特に好ましくはレイノルズ数(Re)が4000~30000である。すなわち、レイノルズ数(Re)を1000以上に設定することにより、均一な粒径で、かつ、粒径が75 μ m以下の微粉の生成が抑制された粒状CMCが得られるようになる。なお、上記レイノルズ数(Re)は、下記に示す式(1)により算出される。

【0018】

【数2】 $Re = (D \cdot U \cdot \rho) / \mu \cdots (1)$

〔式(1)において、Dは羽根直径(cm)、Uは羽根周速(cm/sec)、 ρ は液密度(g/cm³)、 μ は液粘度(g/cm \cdot sec)である〕

【0019】さらに、上記液中造粒において、攪拌時の回転数は100~2000rpmの範囲内で、投入する塊状の精製CMC量等に応じて適宜に設定される。さらに、投入する塊状の精製CMCの温度は10~50℃に、攪拌時間は5~30分間に設定される。

【0020】そして、液中造粒に際して、塊状の精製CMCの供給は、連続的に供給してもよいし、回分式に加えてもよい。また、バッチ式で一度に加えてもよく、また供給量を限定するものではない。

【0021】このような液中造粒工程での造粒形成過程を詳しく説明する。

【0022】すなわち、粗製CMC製造時の、エーテル反応後のCMCは繊維状態を保っており、嵩張りのある密度の低いものである。この粗製CMCに含まれる副生塩等の不純物を除去する目的で、通常は、低含水溶媒で脱塩精製を行う。しかし、本発明では、前述のように、液中造粒に供与するに先立って、予め、含水率が40~70%の高含水IPAで脱塩精製する。この高含水IPAで脱塩処理を行い、滲液分離すると水分を45~65%含んだウェット状の塊状精製CMCが得られる。この工程で、繊維状のCMCは水分を含むため、溶着して寒天状から蒟蒻状の塊状固形物に変化する。この固形物は、IPA系溶媒では溶解することなく、また、攪拌により分散性の良好な状態が保持される。

【0023】ついで、滲液分離した後、蒟蒻状の塊状精製CMCは、液中造粒および塊状精製CMCの脱水を目的に、20%以下の含水IPA(溶媒)とともに投入し、ここで、攪拌羽根を回転させ攪拌混合する。そして、塊状精製CMCは、液中で直ちに解砕され、粒径約1mm程度に造粒切断される。ここで、解砕と同時に、IPAへの水分移行による脱水が進行し、回転により球状の粒子が得られる。

【0024】このようにして得られた粒状CMCは、全体の80%以上の粒子が粒径149~2000 μ mの範囲内の粒度を有するものであり、粒径75 μ m以下の微粉を含有しないものである。もしくは、粒径75 μ m以下の微粉を含有したとしても、粉塵による悪影響および継粉生成による溶解性の低下を招くことのない程度の極

少量の含有である。上記粒径の測定は、標準篩(JIS Z8801に記載されている)によって測定され、全体の粒度分布を確認することができる。このような粒度分布で構成される粒状CMCは、さらに、かさ密度が0.4g/ml以上、特に0.4~0.8g/mlのかさ密度の高いものである。

【0025】つぎに、実施例について比較例と併せて説明する。

【0026】まず、本発明の造粒に際して原料となる、エーテル化度(DS)の異なる3種類の精製CMCを作製した。

【0027】〔溶媒法による精製CMCの作製〕原料パルプ〔興人社製、NDSP(サルフェート法パルプ)〕を粉碎機にかけて直径0.3mmまで粉碎して水分5%含有のパルプを得た。続いて、IPA20重量部(以下「部」と略す)と水2部とからなる含水IPAを充填した30リットルのSUS製反応釜に、この粉碎パルプ0.8部を加えて、20℃で約20分間攪拌した。そして、これに100%苛性ソーダのフレーク品1.1部を5分かけて加え、30℃で60分間攪拌することによりアルセル化反応を行った。つぎに、これに50%モノクロ酢酸含有IPA溶液2.4部を10分かけて添加した。続いて、約30分かけて70℃まで昇温した後、再び、30℃まで冷却して100%苛性ソーダのフレーク品1.1部を5分かけて添加し、この30分後に50%モノクロ酢酸含有IPA溶液2.4部を10分かけて2度目の添加を行った。その後、30分かけて70℃まで昇温し、この70℃の状態では60分間のエーテル化反応を完結させた。エーテル化反応の後、10分かけて40℃まで冷却し、50%酢酸水溶液0.3部を加えて、系中の過剰の苛性ソーダを中和した。そして、これを遠心分離機で脱液過して、エーテル化度(DS)2.1の粗製CMC(ナトリウム塩)を8.7部作製した。この粗製CMCの組成は、CMCが52%、水が19.5%、IPAが28.5%であった。

【0028】上記粗製CMC1部に、水6部とIPA4部の60%含水溶媒を加え、50℃で60分間攪拌を行い脱塩処理を行った。その後、遠心分離機で脱液過してウェット状の塊状精製CMC(ナトリウム塩)0.8部を得た。このようにして得られた精製CMCは、固形分30%、水48%、IPA22%の組成からなり、寒天状の軟らかさと脆さを有する塊状物であった。

【0029】〔溶媒法による精製CMCの作製〕原料パルプ〔興人社製、NDSP(サルフェート法パルプ)〕を粉碎機にかけて直径0.3mmまで粉碎して水分5%含有のパルプを得た。続いて、IPA25部と水2.5部とからなる含水IPAを充填した30リットルのSUS製反応釜に、この粉碎パルプ1.0部を加えて、20℃で約20分間攪拌した。そして、これに40%苛性ソーダ水溶液1.0部を5分かけて加え、30℃

で60分間攪拌することによりアルセル化反応を行った。つぎに、これに50%モノクロル酢酸含有IPA溶液0.78部を5分かけて添加した。続いて、約30分かけて70℃まで昇温した。この70℃の状態では90分間のエーテル化反応を行った。エーテル化反応の後、10分かけて40℃まで冷却し、50%酢酸水溶液0.3部を加えて、系中の過剰の苛性ソーダを中和した。そして、これを遠心分離機で脱液処理して、エーテル化度(DS)0.6の粗製CMC(ナトリウム塩)を2.5部作製した。この粗製CMCの組成は、CMCが65%、水が11.4%、IPAが23.6%であった。

【0030】上記粗製CMC1部に、水7部とIPA3部の70%含水溶媒を加え、50℃で30分間攪拌を行い脱塩処理を行った。その後、遠心分離機で脱液処理してウェット状の塊状精製CMC(ナトリウム塩)2.3部を得た。このようにして得られた精製CMCは、固形分21%、水57%、IPA22%の組成からなり、蒟蒻状の弾力と脆さを有する塊状物であった。

【0031】〔溶媒法による精製CMCの作製〕原料パルプ〔興人社製、NDSP(サルフェート法パルプ)〕を粉砕機にかけて直径0.3mmまで粉砕して水分5%含有のパルプを得た。続いて、IPA25部と水2.5部とからなる含水IPAを充填した30リットルのSUS製反応釜に、この粉砕パルプ1.0部を加えて、20℃で約20分間攪拌した。そして、これに40%苛性ソーダ水溶液2.7部を5分かけて加え、30℃で60分間攪拌することによりアルセル化反応を行った。つぎに、これに50%モノクロル酢酸含有IPA溶液2.3部を5分かけて添加した。続いて、約30分かけて70℃まで昇温した。この70℃の状態では90分間のエーテル化反応を行った。エーテル化反応の後、10分かけて40℃まで冷却し、50%酢酸水溶液0.3部を加えて、系中の過剰の苛性ソーダを中和した。そして、これを遠心分離機で脱液処理して、エーテル化度(DS)1.5の粗製CMC(ナトリウム塩)を5.6部作製した。この粗製CMCの組成は、CMCが58%、水が14.7%、IPAが27.3%であった。

【0032】上記粗製CMC1部に、水9部とIPA6部の60%含水溶媒を加え、50℃で30分間攪拌を行い脱塩処理を行った。その後、遠心分離機で脱液処理してウェット状の塊状精製CMC(ナトリウム塩)1.4部を得た。このようにして得られた精製CMCは、固形分26%、水50%、IPA24%の組成からなり、蒟蒻状の弾力と脆さを有する塊状物であった。

【0033】

【実施例1～15、比較実施例1～6】上記のようにして作製した精製CMC, , を用いて、本発明によ

る造粒をつぎのようにして行った。すなわち、まず、図1に示すような、ナイフ型攪拌羽根1を備えた容積10リットルの大型ミキサー式混合機(国産遠心器社製)を用い、これに後記の表1に示す塊状精製CMCの固形分1部と、この8倍量の10%含水IPAを加えた。このときの系全体のCMC、IPA、水分の各含有割合を後記の表1に示す。そして、直ちに、室温(25℃)で攪拌を開始し、溶液の流動を示すレイノルズ数を後記の表2に示す値に設定して攪拌を行った。上記混合機による造粒条件を後記の表2に示す。なお、上記レイノルズ数は、前記式(1)により算出した値であり、レイノルズ数の算出に必要とする各因子、羽根直径D(cm)、羽根周速U(cm/sec)、液密度 ρ (g/cm³)、液粘度 μ (g/cm·sec)の各値を後記の表2に併せて示す。

【0034】

【表1】

【0035】

【表2】

【0036】上記攪拌の結果、塊状精製CMCは含水IPA液中で、小さく解砕されると同時に、液中で回転することから小粒子の球状に形成された粒状CMCが得られた。なお、実施例1品の粒状CMCの光学顕微鏡写真を図2に示す。このように液中造粒により得られた粒状CMCは全体が略球状であることがわかる。また、塊状精製CMCに含まれていた多量の水分は上記攪拌の際に、IPA液中に移行した。この結果、造粒されたCMC表面は、脱水とともに角質化が進行し、固化と密度の上昇が生じた。このため、CMC粒子はさらさら状で装置類に付着し難く、良好なCMCの造粒品が得られた。そして、上記造粒処理工程は5～20分間で行われ、また、連続式もしくはバッチ式のいずれの方法でも行うことができる。

【0037】上記造粒処理後、遠心分離機にて、脱液分離した後、温風乾燥機で100℃の温風で2時間の乾燥

を行った。このようにして粒状CMCを得た。

【0038】

【比較例1～4】前述の精製CMCへの製造工程中に作製されたエーテル化度の異なる粗製CMC～を用い、これに20%含水メタノールを10倍量加え脱塩洗浄を2回にわたって行い、精製CMCを得た。そして、上記精製CMCを、水分含有量を上記実施例と合わせるため、水を噴霧して増加させ、その後、8倍量の10%含水メタノール系により、上記実施例と同様の混合機を用い、後記の表3に示す条件で造粒化を行った（比較例1～3）。また、一方では、脱液した精製CMCを熱風乾燥機で100℃×2時間の乾燥を行った後、衝撃式微粉砕機（ホソカワミクロン社製）で粉砕して粒状CMCを得た（比較例4）。

【0039】

【表3】

【0040】

【従来例】前述の精製CMCの製造工程中に作製されたエーテル化度1.5の粗製CMCを用い、これに20%含水メタノールを1.5倍量加え脱塩洗浄を2回にわたって行い、精製CMCを得た（精製CMC中のCMC：65%、水分5%、メタノール30%）。そして、この精製CMCを、水分含有量を上記実施例と合わせるため、水を噴霧して水分含有量50%まで増加させて繊維状CMCの一部を溶かし込み固め（角質化）造粒したCMCを作製した。続いて、脱水目的で、このCMCに10倍量の100%IPAを加えて、溶媒を分離して脱水した後、60℃の熱風乾燥処理を行うことにより粒状CMCを得た。得られた従来例品の粒状CMCの光学顕微鏡写真を図3に示す。このように、得られた粒状CMCは粒形状がこんぺい糖のような表面全体に凹凸形状が形成されたものであった。

【0041】このようにして得られた実施例品、比較実施例品、比較例品および従来品の各粒状CMCにおいて、液中造粒下で造粒した粒状CMCの状態および得られた粒状CMCの収率および含有水分量を後記の表4および表5に示す。なお、上記粒状CMCの収率は下記の式により算出される。

【0042】

【数3】収率(%) = [(粒状CMCの純分) / (精製CMCの純分)] × 100

【0043】また、得られた各粒状CMCのかき密度、粒状CMC全体に対する粒径149～2000μmの範囲内の粒子の含有割合、および粒径75μm以下の粒子の含有割合を標準篩(JIS Z8801)により測定し、その結果を下記の表4および表5に示す。

【0044】

【表4】

		造粒CMCの液中状態	粒状CMC		粒 状 C M C の 特 長		
			収率(%)	水分(%)	かさ密度(g/ml)	粒径149 ~2000 μm の割合(%)	粒径75 μm 以下の割合(%)
実施例	1	サラサラ状	97.5	3.8	0.56	83	0
	2	サラサラ状	98.6	4.2	0.57	85	0
	3	サラサラ状	98.0	4.0	0.60	88	0
	4	サラサラ状	97.7	4.3	0.58	84	0
	5	サラサラ状	97.2	3.5	0.64	81	0
	6	サラサラ状	98.5	3.7	0.66	84	0
	7	サラサラ状	98.2	3.8	0.65	86	0
	8	サラサラ状	97.4	3.4	0.63	88	0
	9	サラサラ状	96.4	4.2	0.75	82	0
	10	サラサラ状	98.0	4.4	0.77	86	0
	11	サラサラ状	97.6	4.5	0.78	88	0
	12	サラサラ状	97.0	4.1	0.76	92	0
	13	サラサラ状	96.0	4.4	0.74	80	0
	14	サラサラ状	96.8	4.0	0.62	82	0
	15	サラサラ状	97.1	4.1	0.55	81	0
比較実施例	1	サラサラ状	94.2	3.7	0.43	47	9
	2	サラサラ状	93.5	4.2	0.47	44	8
	3	サラサラ状	92.6	4.4	0.54	42	5
	4	サラサラ状	95.2	4.0	0.48	63	5
	5	サラサラ状	94.6	4.3	0.50	60	4
	6	サラサラ状	94.0	4.6	0.58	55	2

【0045】

【表5】

		造粒CMCの液中状態	粒状CMC		粒 状 C M C の 特 長		
			収率(%)	水分(%)	かさ密度(g/ml)	粒径149 ~2000 μm の割合(%)	粒径75 μm 以下の割合(%)
比較例	1	粘り糊状	造粒化が不可能であった。				
	2						
	3						
	4	—	93.2	4.8	0.32	2	94
従来例	—	—	74.5	6.7	0.47	72	12

【0046】上記コールカウンターの測定の中からは、実施例5品（エーテル置換度1.5）および実施例9品（エーテル置換度2.1）の標準篩（JIS Z8801）での測定による粒度分布を示すチャート図を図4（実施例5品）および図5（実施例9品）にそれぞれ示し、その測定により得られた数値を下記の表6（実施例5品）および表7（実施例9品）に示す。なお、上記コールカウンター測定による実施例5品の平均粒径は814.41 μm 、標準偏差は381.52 μm 、実施例9品の平均粒径は597.28 μm 、標準偏差は267.09 μm であった。

【0047】

【表6】

粒 径	重量百分率(%)	積算値(%)
2000 μ mオン	0.0	100.00
1000 μ mオン	19.84	100.00
600 μ mオン	47.03	80.16
297 μ mオン	29.76	33.13
149 μ mオン	3.19	3.37
75 μ mオン	0.00	0.00
44 μ mオン	0.00	0.00
44 μ mパス	0.00	0.00

【0048】

【表7】

粒 径	重量百分率(%)	積算値(%)
2000 μ mオン	0.0	100.00
1000 μ mオン	3.19	100.00
600 μ mオン	41.35	96.82
297 μ mオン	42.75	55.47
149 μ mオン	11.53	12.72
75 μ mオン	1.19	1.19
44 μ mオン	0.00	0.00
44 μ mパス	0.00	0.00

【0049】さらに、得られた各CMCの溶解性および溶解速度、発塵性、発塵量、付着性、流動性を下記の方

法にしたがって測定し評価した。その結果を後記の表8に示す。

【0050】〔粒状CMCの溶解性および溶解速度〕1000mlビーカーに水800mlを入れ、この中にCMC試料8g（1%濃度）を加えた。その結果、すぐに分散状となり水溶解が素早く行えたものを○、すぐに継粉状の塊が形成され、水溶解に長時間を要したものを×、上記中間の評価のものを△として表示した。また、軽く攪拌してCMC試料が溶解するまでの時間を測定した。

【0051】〔CMCの発塵性〕CMC試料を、100mlスクリー管に1/2容量充填し、これを上下に攪拌した。その結果、微粉の埃立ちがなかったものを○、微粉の埃立ちが多かったものを×、上記中間の評価のものを△として表示した。

【0052】〔CMCの発塵量〕300mlマイヤーフラスコに、CMC試料を10g入れ、上下10cmに3回振った後、浮遊するCMC粉塵を円筒濾紙をセットした吸引捕集器で吸収し発塵量を測定した。

【0053】〔CMCの付着性〕1リットルのポリエチレン袋にCMC試料を200g充填し、1日放置した後、袋口を下向きにして、CMC試料を自然落下させ袋内から取り出した。そして、袋内に付着して残ったCMC粉末量を測定し付着率を算出した。

【0054】〔CMCの流動性〕高さ20cmの所から、出口下部の内径が10mmのロートを通して、CMC試料50gをガラス板上に自然落下させた。そして、落下してガラス板上に円状に広がったCMCの直径を測定した。当然、直径の大きいものは流動性が高いといえる。

【0055】

【表8】

		溶解性	溶解速度 (分)	発塵性	発塵量 (mg/l)	付着性 (%)	流動性 (mm)
実施例	1	○	14.2	○	0.0	0.0	162
	2	○	14.4	○	0.0	0.0	168
	3	○	12.8	○	0.0	0.0	172
	4	○	13.0	○	0.0	0.0	170
	5	○	5.2	○	0.0	0.0	178
	6	○	4.6	○	0.0	0.0	180
	7	○	4.4	○	0.0	0.0	184
	8	○	4.8	○	0.0	0.0	181
	9	○	3.2	○	0.0	0.0	192
	10	○	3.0	○	0.0	0.0	200
	11	○	2.8	○	0.0	0.0	206
	12	○	3.0	○	0.0	0.0	205
	13	○	3.7	○	0.0	0.0	187
	14	○	6.2	○	0.0	0.0	170
	15	○	15.0	○	0.0	0.0	158
比較実施例	1	△	52.3	△	6.5	0.8	107
	2	△	38.6	△	7.2	0.6	116
	3	△	28.8	△	5.8	0.7	121
	4	△	40.8	△	4.2	0.4	115
	5	△	32.5	△	4.6	0.3	124
	6	△	21.2	△	3.7	0.3	136
比較例 4		×	147.3	×	52.4	4.7	84
従来例		△	52.0	△	6.4	1.0	98

【0056】上記表8の結果から、比較例品は溶解性に劣り、発塵量も高い。さらに、高付着性で流動性にも劣っていることがわかる。これに対して、比較実施例品は、比較例品よりも各特性に優れている。さらに、レイノルズ数を1000以上に特定して得られた実施例品は、溶解性および流動性に非常に優れており、しかも、発塵量および付着量ともなく、各特性において好結果が得られたことが明らかである。

【0057】

【発明の効果】以上のように、本発明は、塊状CMCを含水IPA中で解砕することにより液中で造粒する方法である。この液中造粒方法では、吸湿性が高く水溶性の大きい高エーテル置換度のCMCを原料として用いても、例えば、従来のような水の噴霧による方法ではないため、溶解粘着による凹凸の形成された粒子ではなく均一な粒度の粒状CMCを容易に製造することができる。また、得られる粒状CMCは、その粒径が均一であり、かつ、粒径75 μ m以下の繊維状CMCの微粉CMCの生成が抑制される。

【0058】そして、この液中造粒において、原料とな

る塊状CMCを含有する含水IPA溶液からなる系を、CMCの含有割合が系全体の5～25%、IPAの含有割合が系全体の70～90%、水分含有割合が系全体の5～40%に設定することにより、均一な粒径で、かつ、微粉の生成が抑制されたかさ密度の高い粒状CMCが得られ効果的である。さらに、上記液中造粒を、塊状CMCを含有する含水IPA溶液系の流動特性を示すレイノルズ数(Re)が、1000以上の強い攪拌条件下で行うことにより、均一な粒径で、かつ、粒径が75 μ m以下の微粉の生成が抑制された粒状CMCが得られる。したがって、得られた粒状CMCを水に溶解する際に、従来見られる継粉の生成現象が生じず、速やかに水に溶解する。この結果、粒状CMC使用時の溶解時間の大幅な短縮化が実現し、さらに、流動性が良好であるため、ハンドリング性にも優れている。また、粒状CMCの使用時での粉塵の発生が少なく、作業環境の向上が図られる。しかも、得られた粒状CMCは流動性が良好であることから、使用に際して定量供給の自動化が可能となり、紙パルプ工業や食品工業等の生産工程でのオートメーション化が図られ好ましい。

【0059】そして、粒状CMCとして、粒径149～2000 μm の範囲内に全粒子の80%以上が存在し、かつ、かさ密度が0.4 g/ml 以上のものは、流動性および溶解性に優れ、発塵問題も生じず、しかも、良好なハンドリング性を有するようになる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のCMCの造粒方法で用いられるミキサース式混合機の構成を示す模式図である。

【図2】液中造粒により得られた実施例1品の粒状CMCの粒子構造を示す倍率50倍の光学顕微鏡写真である。

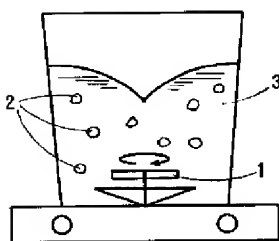
る。

【図3】従来の製法により得られた粒状CMCの粒子構造を示す倍率50倍の光学顕微鏡写真である。

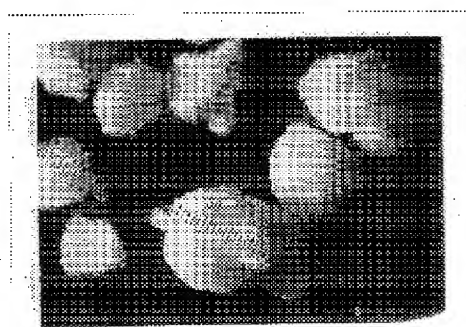
【図4】実施例5品（エーテル置換度1.5）である粒状CMCの粒度分布を標準篩（JIS Z8801）により測定した結果の一例を示すチャート図である。

【図5】実施例9品（エーテル置換度2.1）である粒状CMCの粒度分布をコールカウンターにより測定した結果の一例を示すチャート図である。

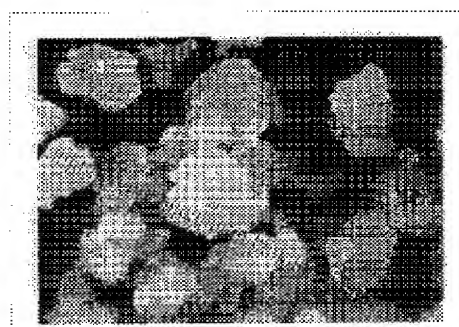
【図1】



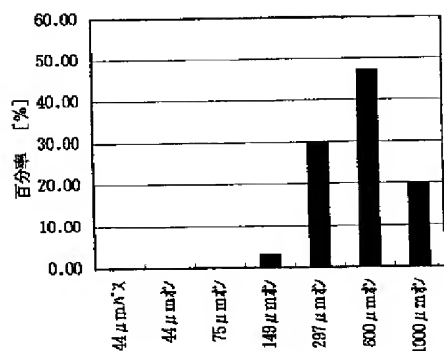
【図2】



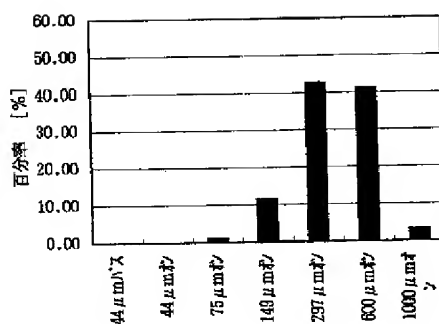
【図3】



【図4】



【図5】



【手続補正書】

【提出日】平成7年8月11日

【手続補正1】

【補正対象書類名】図面

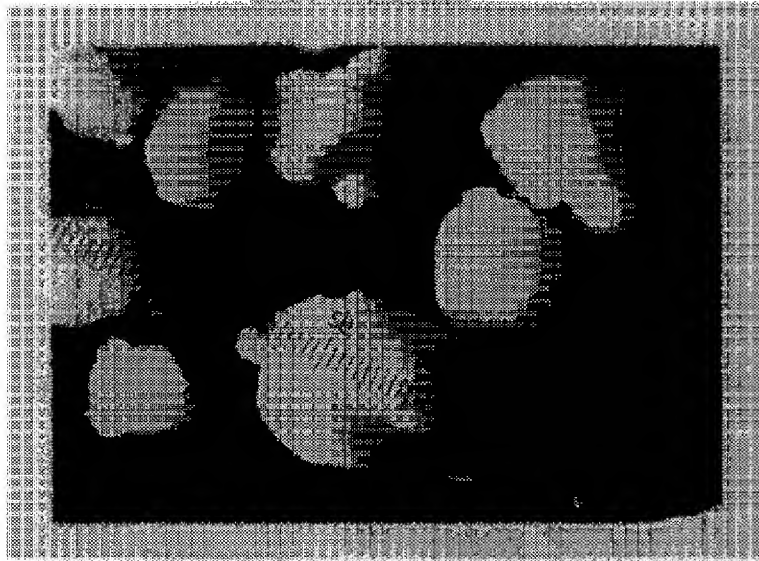
【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】

図面代用写真



【手続補正2】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図3

【補正方法】変更

【補正内容】

【図3】

図面代用写真

